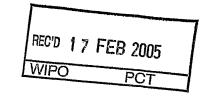
PCT/EP200 5 / 0 0 1 2 7 8

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

# PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)





# Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:

10 2004 008 107.7

**Anmeldetag:** 

18. Februar 2004

Anmelder/Inhaber:

Cognis Deutschland GmbH & Co KG,

40589 Düsseldorf/DE

Bezeichnung:

Mikroemulsionen

IPC:

B 01 J, B 01 F, A 61 K

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 6. Oktober 2004

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

(P -

Remus

#### Mikroemulsionen

5

10

#### Gebiet der Erfindung

Die Erfindung befindet sich auf dem Gebiet der tensidischen Haar- und Hautbehandlungsmittel, Verfahren zur Herstellung dieser Mittel sowie deren Verwendung auf Flächengebilden.



#### Stand der Technik

15

20

An kosmetische Reinigungszubereitungen werden vom Verbraucher immer höhere Ansprüche gestellt. So sollen derartige Zubereitungen nicht nur über hervorragendes Schaumverhalten und gute Reinigungsleistung verfügen, sondern auch Haut und Haar pflegen und konditionieren. Bei den pflegenden Wirkstoffen oder Hautkonditioniermitteln handelt es sich meistens-um-ölige-Substanzen.-Ölhaltige-wässrige Tensidformulierungen zeigen üblicherweise ein schlechtes Schaumverhalten. Hierunter ist sowohl ein schlechtes Anschäumen als auch eine niedrige maximale Schaummenge zu verstehen. Daher werden sehr häufig ethoxylierte Verbindungen, wie z.B. Natriumlaurethsulfat, als Tensidkomponente verwendet. Da diese Verbindungen jedoch immer mehr in Verruf geraten, besteht eine große Nachfrage nach Formulierungen, die frei von ethoxylierten Verbindungen sind. Außerdem erfreuen sich transparente tensidische Zubereitungen größter Beliebtheit, wobei es sich als schwierig erwiesen hat, diese Transparenz auch bei Zusatz von Ölkörpern aufrecht zu erhalten.



So beschreibt die WO 98/40044 wäßrige Zubereitungen wasserlöslicher Tenside, die Lipid-Tensid-Mischmizellen mit einer mittleren Teilchengröße von unter 500 nm aufweisen und dabei weiß-bläulich erscheinen. Gegenstand der WO 98/15255 sind Mikroemulsionsgele vom Typ Öl-in-Wasser, bei denen die Öltröpfchen in der Wasserphase durch assoziative Verdicker stabilisiert werden.

35

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung hat somit darin bestanden, wäßrige transparente bis opake tensidische Formulierungen mit einem Gehalt an Ölkörpern zur Verfügung zu stellen, die ein hohes Schaumvolumen, gutes Anschäumverhalten und hohe Reinigungswirkung aufweisen. Des weiteren sollen die Formulierungen frei von ethoxylierten Verbindungen sein.

5

10

15

20

#### Beschreibung der Erfindung

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Mikroemulsionen mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 5 bis 250 nm enthaltend

(a) 5 bis 50 Gew.% wenigstens eines Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosidcarbonsäuresalzes gemäß Formel (I),

## $R^1O[G]_pO[(CH_2)_mCOO[X^+]_n$

**(I)** 

in der R<sup>1</sup> für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, p für Zahlen von 1 bis 10, m für Zahlen von 1 bis 5, n für Zahlen von 1 bis 5 und X für Alkali, Erdalkali, Ammonium, Alkanolammonium, Alkylammonium oder Glucammonium steht,

- (b) 5 bis 50 Gew.% einer Ölkomponente und
- (c) 0 bis 15 Gew.% mono- und/oder polyfunktioneller Alkohole mit 1 bis 4 Kohlenstoff-atomen,

wobei die Summe der Komponenten (a) + (b) 10 bis 55 Gew.% der Gesamtzusammensetzung ausmacht.



30

35

Als Tensidkomponente (a) wenigstens ein Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosidcarbonsäuresalz gemäß Formel (I)

 $R^1O[G]_pO[(CH_2)_mCOO^{\text{-}}\!X^{\text{+}}]_n$ 

**(I)** 

in der R<sup>1</sup> für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, p für Zahlen von 1 bis 10, m für Zahlen von 1 bis 5, n für Zahlen von 1 bis 5 und X für Alkali, Erdalkali, Ammonium, Alkanolammonium, Alkylammonium oder Glucammonium steht, eingesetzt. Vorzugsweise steht R<sup>1</sup> für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 12 bis 18 und insbesondere für 12 bis 14 und/oder 16 bis 18 Kohlenstoffatome, n für Zahlen von 1 bis 3.

Sie können nach den einschlägigen Verfahren der präparativen organischen Chemie erhalten werden, beispielsweise durch Umsetzung von Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosiden mit Halogencarbonsäuren im alkalischen Medium in Gegenwart von Lösungsmitteln. Die

Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosidcarbonsäure-Salze können sich von Aldosen bzw. Ketosen mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Glucose ableiten. Die bevorzugten Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosidcarbonsäure-Salze sind somit Salze von Alkyl- und/oder Alkenyloligoglucosidcarbonsäuren. Die Indexzahl p in der allgemeinen Formel (I) gibt den Oligomerisierungsgrad (DP), d. h. die Verteilung von Mono- und Oligoglykosiden an und steht für eine Zahl zwischen 1 und 10. Während q in einer gegebenen Verbindung stets ganzzahlig sein muss und hier vor allem die Werte p = 1 bis 6 annehmen kann, ist der Wert p für ein bestimmtes Alkyloligoglykosid eine analytisch ermittelte rechnerische Größe, die meistens eine gebrochene Zahl darstellt. Vorzugsweise werden Salze von Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosidcarbonsäuren mit einem mittleren Oligomerisierungsgrad p von 1,1 bis 3,0 eingesetzt. Aus anwendungstechnischer Sicht sind solche Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosidcarbonsäure-Salze bevorzugt, deren Oligomerisierungsgrad kleiner als 1,7 ist und insbesondere zwischen 1,2 und 1,4 liegt.

Der Alkyl- bzw. Alkenylrest R¹ kann sich von primären Alkoholen mit 4 bis 11, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen ableiten. Typische Beispiele sind Butanol, Capronalkohol, Caprylalkohol, Caprinalkohol und Undecylalkohol sowie deren technische Mischungen, wie sie beispielsweise bei der Hydrierung von technischen Fettsäuremethylestern oder im Verlauf der Hydrierung von Aldehyden aus der Roelenschen Oxosynthese erhalten werden. Der Alkyl- bzw. Alkenylrest R¹ leitet sich insbesondere von primären Alkoholen mit 12 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 und insbesondere 12 bis 14 und 16 bis 18 Kohlenstoffatomen ab. Typische Beispiele sind Laurylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol, Brassidylalkohol sowie deren technische Gemische, die wie oben beschrieben erhalten werden können. Bevorzugt sind Alkyloligoglucosid-ethercarbonsäue-Salze auf Basis von gehärtetem C<sub>12/14</sub>-Kokosalkohol und C<sub>16/18</sub>-Fettalkohol mit einem DP von 1 bis 3.

Die Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosidcarbonsäure-Salze leiten sich weiterhin vorzugsweise von Carbonsäuren, deren Salzen oder Estern ab, in der m für Zahlen von 1 bis 5, vorzugsweise 2 bis 4 und insbesondere 1 und 2, n für Zahlen von 1 bis 5 und vorzugsweise 1 bis 3 und X beispielsweise für Kalium, Ammonium, Triethanolammonium und vorzugsweise Natrium steht. Als Carbonsäuren, deren Salze oder Ester kommen als dem Fachmann

10

15

20

30

bekannte Verbindungen und vorzugsweise Essigsäure, deren Salze, insbesondere Natrium oder Kaliumsalze, oder deren Ester, vorzugsweise mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, in Frage. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung können die Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosidcarbonsäure-Salze durch Umsetzung einer wässrigen Lösung aus Alkylund/oder Alkenyloligoglycosiden (beispielsweise 20 bis 70 Gew.-%ige Lösungen – bezogen auf den Aktivsubstanzgehalt) in Stickstoffatmosphäre und in Gegenwart von Alkali, beispielsweise Alkalihydroxide oder Alkalicarbonate, bei 50 bis 100 °C mit ω-Halogencarbonsäure, deren Salz oder Ester, vorzugsweise Kalium- oder Natriummonochloracetat (MCA) erhalten werden. Vorzugsweise setzt man das Alkyl- und/oder Alkenyloligoglycosid mit der ω-Halogencarbonsäure, deren Salz oder Ester, vorzugsweise Kalium- oder Natriummonochloracetat (MCA), im Molverhältnis 1:0,5 bis 1:5 und vorzugsweise 1:1 bis 1:3 um. Weiterhin wählt man vorzugsweise ein Molverhältnis Alkali: ω -Halogencarbonsäure, deren Salz oder Ester von 1:0,5 bis 1:1,5 und vorzugsweise 1: 1,1. Die Umsetzung von C<sub>12/14</sub>-Alkyl- und/oder Alkenyloligoglycosiden erfolgt vorzugsweise ohne Zugabe organischer Lösungsmittel. C<sub>16/18</sub>-Alkyl- und/oder Alkenyloligoglycosidcarbonsäure-Salze werden vorzugsweise in Gegenwart von C<sub>16/18</sub>-Fettalkoholen sowie insbesondere 1,2 Propylenglycol hergestellt. Derartige Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosidcarbonsäure-Salze zeichnen sich durch

Derartige Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosidearbonsaure-Saize zeichnen sien durch hohe Schaumstärke und ihre Milde gegenüber Haut und Haaren aus.

In einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform wird als Tensidkomponente (a) eine Mischung aus wenigstens einem Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosidcarbonsäuresalz gemäß Formel (I)

# 25 $R^1O[G]_pO[(CH_2)_mCOO^*X^+]_n$

**(I)** 

besonders bevorzugt 12 bis 14 und/oder 16 bis 18 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, p für Zahlen von 1 bis 10, m für Zahlen von 1 bis 5, n für Zahlen von 1 bis 5 und X für Alkali, Erdalkali, Ammonium, Alkanolammonium, Alkylammonium oder Glucammonium steht, und ein Tensid eingesetzt, welches ausgewählt ist aus der Gruppe, die gebildet wird von anionischen, kationischen, nichtionischen, zwitterionischen und amphoteren Tensiden.

#### Anionische Tenside

Typische Beispiele für anionische Tenside sind Seifen, Alkylbenzolsulfonate, Alkansulfonate, Olefinsulfonate, α-Methylestersulfonate, Sulfofettsäuren, Alkylsulfate, Alkylethersulfate, Mono- und Dialkylsulfosuccinate, Mono- und Dialkylsulfosuccinamate, Sulfotriglyceride, Monoglyceridsulfate, Amidseifen, Ethercarbonsäuren und deren Salze, Fettsäureisethionate, Fettsäuresarcosinate, Fettsäuretauride, N-Acylaminosäuren, wie beispielsweise Acyllactylate, Acyltartrate, Acylglutamate und Acylaspartate, Alkyloligoglucosidsulfate und Proteinfettsäurekondensate (insbesondere pflanzliche Produkte auf Weizenbasis). Im Sinne der vorliegenden Erfindung sind Acylglutamate und ihre Salze und Alkyl- und/oder Alkenylsulfate besonders bevorzugt.



15

20

5

10

#### Kationische Tenside

Typische Beispiele für kationische Tenside sind quartäre Ammoniumverbindungen und Esterquats, insbesondere quaternierte Fettsäuretrialkanolaminestersalze.

#### Nichtionische Tenside

Typische Beispiele für nichtionische Tenside sind Alk(en)yloligoglykoside, Fettsäure-N-alkylglucamide, Polyolfettsäureester, Zuckerester, Sorbitanester, Polysorbate, Alkoholethoxylate und Aminoxide. Vorzugsweise werden Alkyl- und/oder Alkenyloligoglucoside, die insbesondere der Formel (II) folgen,

 $R^2O-[G]_p$  (II)



30

35

in der R2 für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und p für Zahlen von 1 bis 10 steht. Sie können nach den einschlägigen Verfahren der präparativen organischen Chemie erhalten werden. Die Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside können sich von Aldosen bzw. Ketosen mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Glucose ableiten. Die bevorzugten Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside sind somit Alkyl- und/oder Alkenyloligoglucoside. Die Indexzahl p in der allgemeinen Formel (II) gibt den Oligomerisierungsgrad (DP), d. h. die Verteilung von Mono- und Oligoglykosiden an und steht für eine Zahl zwischen 1 und 10. Während p in einer gegebenen Verbindung stets ganzzahlig sein muss und hier vor allem die Werte p = 1 bis 6 annehmen kann, ist der Wert p für ein bestimmtes Alkyloligoglykosid eine analytisch ermittelte rechnerische Größe, die meistens eine gebrochene Zahl darstellt. Vorzugsweise werden Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside mit einem mittleren Oligomerisierungsgrad p von 1,1 bis 3,0 eingesetzt. Aus anwendungstechnischer

10

15

20

30

35

Sicht sind solche Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside bevorzugt, deren Oligomerisierungsgrad kleiner als 1,7 ist und insbesondere zwischen 1,2 und 1,4 liegt.

Der Alkyl- bzw. Alkenylrest R² kann sich von primären Alkoholen mit 4 bis 11, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen ableiten. Typische Beispiele sind Butanol, Capronalkohol, Caprylalkohol, Caprinalkohol und Undecylalkohol sowie deren technische Mischungen, wie sie beispielsweise bei der Hydrierung von technischen Fettsäuremethylestern oder im Verlauf der Hydrierung von Aldehyden aus der Roelen'schen Oxosynthese erhalten werden. Bevorzugt sind Alkyloligoglucoside der Kettenlänge  $C_8$ - $C_{10}$  (DP = 1 bis 3), die als Vorlauf bei der destillativen Auftrennung von technischem C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>-Kokosfettalkohol anfallen und mit einem Anteil von weniger als 6 Gew.-% C12-Alkohol verunreinigt sein können sowie Alkyloligoglucoside auf Basis technischer  $C_{9/11}$ -Oxoalkohole (DP = 1 bis 3). Der Alkyl- bzw. Alkenylrest R<sup>2</sup> kann sich ferner auch von primären Alkoholen mit 12 bis 22, vorzugsweise 12 bis 14 Kohlenstoffatomen ableiten. Typische Beispiele sind Laurylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol, Brassidylalkohol sowie deren technische Gemische, die wie oben beschrieben erhalten werden können. Bevorzugt sind Alkyloligoglucoside auf Basis von gehärtetem  $C_{12/14}$ -Kokosalkohol mit einem DP von 1 bis 3.

Alkoholethoxylate werden herstellungsbedingt als Fettalkohol- oder Oxoalkoholethoxylate bezeichnet und folgen vorzugsweise der Formel (III),

 $R^{1}O(CH_{2}CH_{2}O)_{n}H$  (III)

in der R<sup>1</sup> für einen linearen oder verzweigten Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoff-atomen und n für Zahlen von 1 bis 50 steht. Typische Beispiele sind die Addukte von durchschnittlich 1 bis 50, vorzugsweise 5 bis 40 und insbesondere 10 bis 25 Mol an Capronalkohol, Caprylalkohol, 2-Ethylhexylalkohol, Caprinalkohol, Laurylalkohol, I-sotridecylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palm-oleylalkohol, Stearylalkohol, I-sostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol und Brassidylalkohol sowie deren technische Mischungen, die z.B. bei der Hochdruckhydrierung von technischen Methylestern auf Basis von Fetten und Ölen oder Aldehyden aus der Roelen'schen Oxosynthese sowie als Monomerfraktion bei der Dime-risierung von ungesättigten Fettalkoholen anfallen. Bevorzugt sind Addukte von 10 bis 40 Mol Ethy-lenoxid an technische Fettalkohole mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, wie beispielsweise Kokos-, Palm-, Palmkern- oder Talgfettalkohol.

10

20

25

30

35

40

## Zwitterionische und amphotere Tenside

Beispiele für geeignete amphotere bzw. zwitterionische Tenside sind Alkylbetaine, Alkylamidobetaine, Aminopropionate, Aminoglycinate, Imidazoliniumbetaine und Sulfobetaine. Beispiele für geeignete Alkylbetaine stellen die Carboxyalkylierungsprodukte von sekundären und insbesondere tertiären Aminen dar, die der Formel (IV) folgen,

$$R^{4}$$
|
 $R^{3}$ -N-(CH<sub>2</sub>)<sub>q1</sub>COOZ
|
 $R^{5}$ 

in der R3 für Alkyl- und/oder Alkenylreste mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R<sup>4</sup> für Wasserstoff oder Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R<sup>5</sup> für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, q1 für Zahlen von 1 bis 6 und Z für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall oder Ammonium steht. Typische Beispiele sind die Carboxymethylierungsprodukte von Hexylmethylamin, Hexyldimethylamin, Octyldimethylamin, Decyldimethylamin, Dodecylmethylamin, Dodecyldimethylamin, Dodecyldimethylamin, Dodecyldimethylamin, C12/14-Kokosalkyldimethylamin, Myristyldimethylamin, Cetyldimethylamin, Stearyldimethylamin, Stearylethylmethylamin, Oleyldimethylamin, C16/18-Talgalkyldimethylamin sowie deren technische Gemische.

Weiterhin kommen auch Carboxyalkylierungsprodukte von Amidoaminen in Betracht, die der Formel (V) folgen,

$$\begin{array}{c|c}
R^8 \\
| \\
R^6CO-NH-(CH_2)_{q3}-N-(CH_2)_{q2}COOZ
\end{array}$$
(V)

in der R<sup>6</sup>CO für einen aliphatischen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und 0 oder 1 bis 3 Doppelbindungen, R<sup>7</sup> für Wasserstoff oder Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R<sup>8</sup> für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, q2 für Zahlen von 1 bis 6, q für Zahlen von 1 bis 3 und Z wieder für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall oder Ammonium steht. Typische Beispiele sind Umsetzungsprodukte von Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, namentlich Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Palmoleinsäure, Stearinsäure, Isostearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Petroselinsäure, Linolensäure, Linolensäure, Elaeostearinsäure, Arachinsäure, Gadoleinsäure, Be-

10

15

20

25

30

35

hensäure und Erucasäure sowie deren technische Gemische, mit N,N-Dimethylaminoethylamin, N,N-Dimethylaminopropylamin, N,N-Diethylaminoethylamin und N,N-Diethylaminopropylamin, die mit Natriumchloracetat kondensiert werden. Bevorzugt ist der Einsatz eines Kondensationsproduktes von C<sub>8/18</sub>-Kokosfettsäure-N,N-dimethylaminopropylamid mit Natriumchloracetat.

Weiterhin kommen auch Imidazoliniumbetaine in Betracht. Auch bei diesen Substanzen handelt es sich um bekannte Stoffe, die beispielsweise durch cyclisierende Kondensation von 1 oder 2 Mol Fettsäure mit mehrwertigen Aminen wie beispielsweise Aminoethylethanolamin (AEEA) oder Diethylentriamin erhalten werden können. Die entsprechenden Carboxyalkylierungsprodukte stellen Gemische unterschiedlicher offenkettiger Betaine dar. Typische Beispiele sind Kondensationsprodukte der oben genannten Fettsäuren mit AEEA, vorzugsweise Imidazoline auf Basis von Laurinsäure oder wiederum C<sub>12/14</sub>-Kokosfettsäure, die anschließend mit Natriumchloracetat betainisiert werden.

Vorzugsweise wird die Tensidkomponente (a) in einer Menge von 10 bis 35 Gew.% bezogen auf die Gesamtformulierung eingesetzt.

Als Ölkomponente (b) dienen sowohl unpolare als auch polare Öle oder Mischungen hiervon. Hierzu zählen beispielsweise Guerbetalkohole auf Basis von Fettalkoholen mit 6 bis 18, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen, Ester von linearen C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub>-Fettsäuren mit linearen oder verzweigten C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub>-Fettalkoholen bzw. Ester von verzweigten C<sub>6</sub>-C<sub>13</sub>-Carbonsäuren mit linearen oder verzweigten C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub>-Fettalkoholen, wie z.B. Myristylmyristat, Myristylpalmitat, Myristylstearat, Myristylisostearat, Myristyloleat, Myristylbehenat, Myristylerucat, Cetylmyristat, Cetylpalmitat, Cetylstearat, Cetylstearat tylbehenat, Cetylerucat, Stearylmyristat, Stearylpalmitat, Stearylstearat, Stearylisostearat, Stearyloleat, Stearylbehenat, Stearylerucat, Isostearylmyristat, Isostearylpalmitat, Isostearylstearat, Isostearylisostearat, Isostearyloleat, Isostearylbehenat, Isostearyloleat, Oleylmyristat, Oleylalmitat, Oleylstearat, Oleylisostearat, Oleyloleat, Oleylbehenat, Oleylerucat, Behenylmyristat, Behenylpalmitat, Behenylstearat, Behenylisostearat, Behenyloleat, Beh nylbehenat, Behenylerucat, Erucylmyristat, Erucylpalmitat, Erucylstearat, Erucylisostearat, Erucyloleat, Erucylbehenat und Erucylerucat. Daneben eignen sich Ester von linearen C<sub>6</sub>-C22-Fettsäuren mit verzweigten Alkoholen, insbesondere 2-Ethylhexanol, Ester von C18-C<sub>38</sub>-Alkylhydroxycarbonsäuren mit linearen oder verzweigten C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub>-Fettalkoholen, insbesondere Dioctyl Malate, Ester von linearen und/oder verzweigten Fettsäuren mit mehrwertigen Alkoholen (wie z.B. Propylenglycol, Dimerdiol oder Trimertriol) und/oder Guerbe-Mono-/Diflüssige  $C_6$ - $C_{10}$ -Fettsäuren, auf Basis Triglyceride talkoholen,

/Triglyceridmischungen auf Basis von C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>-Fettsäuren, Ester von C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub>-Fettalkoholen und/oder Guerbetalkoholen mit aromatischen Carbonsäuren, insbesondere Benzoesäure, Ester von C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>-Dicarbonsäuren mit linearen oder verzweigten Alkoholen mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen oder Polyolen mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen und 2 bis 6 Hydroxylgruppen, pflanzliche Öle, verzweigte primäre Alkohole, substituierte Cyclohexane, lineare und verzweigte C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub>-Fettalkoholcarbonate, wie z.B. Dicaprylyl Carbonate (Cetiol® CC), Guerbetcarbonate auf Basis von Fettalkoholen mit 6 bis 18, vorzugsweise 8 bis 10 C Atomen, Ester der Benzoesäure mit linearen und/oder verzweigten C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub>-Alkoholen (z.B. Finsolv® TN), lineare oder verzweigte, symmetrische oder unsymmetrische Dialkylether mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen pro Alkylgruppe, wie z.B. Dicaprylyl Ether (Cetiol® OE), Ringöffnungsprodukte von epoxidierten Fettsäureestern mit Polyolen, Siliconöle (Cyclomethicone, Siliciummethicontypen u.a.) und/oder aliphatische bzw. naphthenische Kohlenwasserstoffe, wie z.B. wie Squalan, Squalen oder Dialkylcyclohexane oder Silikonöle oder besonders bevorzugt Hydrogenated Polydecene.

5

10

15

20

30

35

Als Ölkomponente (b) können jedoch auch feste Fette und/oder Wachse. Diese können auch in Mischung mit den im vorherigen Abschnitt genannten Ölen vorliegen. Typische Beispiele für Fette sind Glyceride, d.h. feste oder flüssige pflanzliche oder tierische Produkte, die im wesentlichen aus gemischten Glycerinestern höherer Fettsäuren bestehen. Hier sind insbesondere feste Mono- und Diglyceride zu nennen wie z.B. Glycerinmonooleat oder Glycerinmonostearat. Als Wachse kommen u.a. natürliche Wachse, wie z.B. Candelillawachs, Carnaubawachs, Japanwachs, Espartograswachs, Korkwachs, Guarumawachs, Reiskeimölwachs, Zuckerrohrwachs, Ouricurywachs, Montanwachs, Bienenwachs, Schellackwachs, Walrat, Lanolin (Wollwachs), Bürzelfett, Ceresin, Ozokerit (Erdwachs), Petrolatum, Paraffinwachse, Mikrowachse; chemisch modifizierte Wachse (Hartwachse), wie z.B. Montanesterwachse, Sasolwachse, hydrierte Jojobawachse sowie synthetische Wachse, wie z.B. Polyalkylenwachse und Polyethylenglycolwachse in Frage. Neben den Fetten kommen als Zusatzstoffe auch fettähnliche Substanzen, wie Lecithine und Phospholipide in Frage. Unter der Bezeichnung Lecithine versteht der Fachmann diejenigen Glycero-Phospholipide, die sich aus Fettsäuren, Glycerin, Phosphorsäure und Cholin durch Veresterung bilden. Lecithine werden in der Fachwelt daher auch häufig als Phosphatidylcholine (PC). Als Beispiele für natürliche Lecithine seien die Kephaline genannt, die auch als Phosphatidsäuren bezeichnet werden und Derivate der 1,2-Diacyl-sn-glycerin-3phosphorsäuren darstellen. Dem gegenüber versteht man unter Phospholipiden gewöhnlich Mono- und vorzugsweise Diester der Phosphorsäure mit Glycerin (Glycerinphosphate), die allgemein zu den Fetten gerechnet werden. Daneben kommen auch Sphingosine bzw. Sphingolipide in Frage. Tocopherole und ätherische Öle eignen sich ebenfalls als Ölkomponente (b).

10

15

20

30

35

Vorzugsweise wird die Ölkomponente (b) in einer Menge von 10 bis 35 Gew.% bezogen auf die Gesamtzusammensetzung eingesetzt. Die Größe der dispergierten Teilchen liegt hierbei im Bereich von 5 bis 250 nm. Um die erfindungsgemäßen Zubereitungen zu erhalten, sollte die Summe aus Tensidkomponente und Ölkomponente in den Formulierungen bei 0,5 bis 55 Gew.%, vorzugsweise bei 2 bis 40 Gew.% liegen.

Fakultativ kann die Mikroemulsion mono- oder polyfunktionelle Alkohole mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen in einer Menge von 0 bis 15 Gew.% bezogen auf die Gesamtformulierung enthalten. Bevorzugt werden Alkohole der Gruppe, die gebildet wird von Ethanol, Glycerin, Ethylenglykol und/oder Propylenglykol. Durch die Zugabe dieser Alkohole wird die Aufnahmefähigkeit der Mikroemulsion für Öle erhöht. Außerdem kann der Brechungsindex der Wasserphase dem der dispergierten Ölphase angeglichen werden, so daß eine mögliche Trübung reduziert wird. Außerdem erhöht sich die Lagerstabilität der Emulsion bei niedrigen Temperaturen, z.B. bei -5°C.

Die Emulsionen lassen sich durch Polymere verdicken. Besonders bevorzugt sind in diesem Zusammenhang die als assoziative Verdicker bekannten Verbindungen wie PEG-120 Methylglucosedioleat oder PEG-150-Distearat.

Die Mikroemulsionen werden durch Verrühren aller Komponenten bei Raumtemperatur oder, vorzugsweise bei Einsatz von festen Komponenten, durch vorheriges Aufschmelzen und Homogenisieren der bei Raumtemperatur festen Komponenten und anschließendem Verrühren mit der tensidhaltigen Wasserphase in der Hitze hergestellt. Der Homogenisierungsprozess wird generell durch Erhitzen beschleunigt. Als geeignete Temperaturen haben sich Temperaturen im Bereich von 50 - 70°C herausgestellt. Für das Homogenisieren reicht ein einfaches Rührwerk aus. Da die Ölkörper (b) bei Raumtemperatur als feste Substanzen vorliegen können, kann es sich in diesen Fällen bei den resultierenden Emulsionen um Feststoff-Dispersionen handeln.

Die erfindungsgemäßen Mikroemulsionen können kalt mit anderen Formulierungen verrührt werden und bewerkstelligen auf diese Weise die Einarbeitung von Ölkörpern in kosmetische Formulierungen, die auf herkömmlichem Wege nicht erreicht werden können. Die erhaltenen Zubereitungen sind stabil und verfügen über ein hervorragendes Schaum-

verhalten. Die erfindungsgemäßen Mikroemulsionen weisen vorzugsweise einen Trübungswert von 1 bis 8000 NTU auf, sind somit selbst transparent bis opak.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Anmeldung sind Feuchttücher, die dadurch gekennzeichnet sind, daß sie mit einer erfindungsgemäßen Mikroemulsion imprägniert sind. Bei diesen Feuchttüchern handelt es sich um Flächegebilde auf Basis von Papier, Vliesen (nonwoven) oder Geweben (woven), die mit einer erfindungsgemäßen Mikroemulsion beschichtet sind und zur Körperpflege und -reinigung dienen. Damit die Mikroemulsionen im großtechnischen Verfahren einfach appliziert werden können, ist es vorteilhaft derartige Mikroemulsionen für die Beschichtung zu verwenden, die einen Wassergehalt von mindestens 60 Gew.%, vorzugsweise 70 Gew.% und insbesondere bevorzugt mehr als 75 Gew.% bezogen auf die Gesamtzusammensetzung der Emulsion aufweisen. Die derartig ausgerüsteten Flächengebilde können in einem Trocknungschritt nachbehandelt werden, um den Wassergehalt nach der Applikation zu reduzieren oder um nahezu wasserfreie Produkte zu erhalten (Dry Wipes).

15

#### Beispiele

Beispiele	———Т	<del></del>			_
	1	2	3	4	5
Lauryl Glucose Carboxylate (and) Lauryl Glucoside (Plantapon® LGC SORB)	17,08	6,30	20,90	9,58	9,58
Cocamidopropyl Betaine	10,25	3,78	-	-	-
Disodium Cocoyl Glutamate	-	-	1,10	0,60	0,60
Glyceryl Oleate	3,66	6,11	5,68	6,11	6,13
Dicaprylyl Ether	6,76	17,86	9,23	17,86	4,47
Octyldodecanol	2,25	5,95		5,95	5,95
Myristyl Myristate	_	-	3,09	-	-
Hydrogenated Polydecene					13,40
Glycerin	-		5,00	-	
Wasser	60	60	55,00	59,9	59,87
Viskosität/mPas*	24	950	35	60	120
Partikelgöße**	6,1 (a)	123 (b)	7,4 (a)	97,3 (b)	136 (b)
Trübung / NTU***	2,01	397	3,12	284	7300

Kegel-Platte Viskosimeter (C-VOR Bohlin Instruments), T=25°C, Scherrate 10s<sup>-1</sup>

\*\* Mittelwert Teilchendurchmesser in nm; (a): gemessen mit Horiba LB-500 Partikelgrößenmessgerät (Prinzip: Dynamische Lichtstreuung); (b) gemessen mit Coulter LS 230 Partikelgrößenmessgerät (Prinzip: Laserbeugung)

\*\*\* Gemessen mit einem Nephelometer, welches als Lichtquelle für weißes Licht einen Wolframglühfadenlampe benutzt. Gerät: Labortrübungsmessgerät 2100 AN IS von HACH Company. Messeinheit NTU

Bei Zubereitung 1 handelt es sich um eine transparente niedrigviskose Mikroemulsion mit bemerkenswerten Schaumeigenschaften. Die ölreichere Zubereitung 2 ist höherviskos und schimmert opak. Zubereitung 3 ist transparent, während die Zubereitungen 4 und 5 opak schimmern.

### Schaumkinetik zu Beispiel 1:

Messmethode Rotorschaum (Messgerät: Sita Foam Tester R-2000), Umdrehungszahl Rotor 1300 rpm, pH =6, Messtemperatur 40°C, Konzentration: Mikroemulsion wurde auf 3g/l Aktivsubstanz verdünnt (Aktivsubstanz = Alle Komponenten außer Wasser). Wasserhärte: 15°dH.

5

Rührzeit / Sekunden	0	30	60	90	120	140	150	160	170
Schaumvolumen / ml	0	250	400	510	640	730	750	770	770

An der Schaumkinetik des Beispiels 1 wird deutlich, dass die erfindungsgemäßen Mikroemulsionen relativ schnell sehr stark aufschäumen.



Die in den Beispielen 1 bis 5 erhaltenen Mikroemulsionen wurden bei Raumtemperatur mit Wasser und Konservierungsstoffen versetzt. Die entstandenen Benetzungslösungen eigneten sich insbesondere als sprühbare Lotion für Reinigungstücher, vorzugsweise für das Gesicht und Babyhaut. Es wurden 3 g der Benetzungslösung pro g des Tuches durch Tränken oder Besprühen aufgetragen.

Zusammensetzung der Benetzungslösungen:

Mikroemulsion gemäß Beispielen 1 bis 5	20 Gew.%
Wasser	79 Gew,%
Euxyl® K702	1 Gew.%
Citronensäure	q.s. $(pH = 5,5)$



15

20

10

15

20

#### Patentansprüche

- 1. Mikroemulsion mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 5 bis 250 nm enthaltend
  - (a) 5 bis 50 Gew.% wenigstens eines Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosid-carbonsäuresalzes gemäß Formel (I),

## $R^1O[G]_pO[(CH_2)_mCOO[X^+]_n$

**(I)** 

in der R<sup>1</sup> für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 4 bis 22, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, p für Zahlen von 1 bis 10, m für Zahlen von 1 bis 5, n für Zahlen von 1 bis 5 und X für Alkali, Erdalkali, Ammonium, Alkylammonium oder Glucammonium steht,

- (b) 5 bis 50 Gew.% einer Ölkomponente und
- (c) 0 bis 15 Gew.% mono- und/oder polyfunktioneller Alkohole mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen,
- wobei die Summe der Komponenten (a) + (b) 10 bis 55 Gew.% der Gesamtzusammensetzung ausmacht.
- Mikroemulsion gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Emulsion weiterhin ein Tensid enthält, welches ausgewählt ist aus der Gruppe, die gebildet wird von anionischen, kationischen, nichtionischen, amphoteren und zwitterionischen Tensiden sowie deren Mischungen.
- Mikroemulsion gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 und/oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass als Komponente (c) Ethanol, Glycerin, Ethylenglykol und/oder Propylenglykol eingesetzt wird.
- 4. Feuchttücher, dadurch gekennzeichnet, dass sie mit einer Mikroemulsion gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3 imprägniert sind.
- 5. Feuchttücher, dadurch gekennzeichnet, dass sie mit einer Mikroemulsion gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3 imprägniert ist, wobei die Mikroemulsion vorher auf einen Wassergehalt von mindestens 60 Gew.% verdünnt wurde.

25

30

C 2818

10

Zusammenfassung

Vorgeschlagen werden Mikroemulsion mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 5 bis 250 nm enthaltend

5 (a) 5 bis 50 Gew.% wenigstens eines Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosidcarbonsäuresalzes gemäß Formel (I)

#### $R^1O[G]_pO[(CH_2)_mCOO'X^{\dagger}]_n$

**(I)** 

in der R<sup>1</sup> für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 4 bis 22, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, p für Zahlen von 1 bis 10, m für Zahlen von 1 bis 5, n für Zahlen von 1 bis 5 und X für Alkali, Erdalkali, Ammonium, Alkanolammonium, Alkylammonium oder Glucammonium steht,

- (b) 5 bis 50 Gew.% einer Ölkomponente und
- (c) 0 bis 15 Gew.% mono- und/oder polyfunktioneller Alkohole mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen,
- wobei die Summe der Komponenten (a) + (b) 10 bis 55 Gew.% der Gesamtzusammensetzung ausmacht.